Canadian Grain Commission / Commission canadienne des grains

Canada

Who we are

Introduction

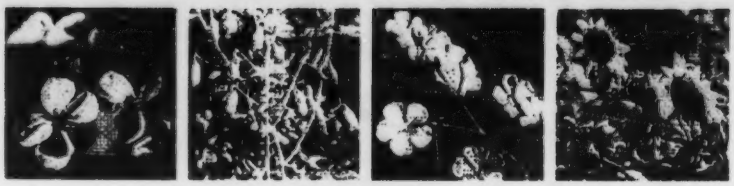
Oilseeds Quality Tests

Oilseeds Quality Monitoring Programs

Fee for Services

Home

Français



Quality Monitoring of Canadian Oilseed Crops

D. R. DeClercq and J.K. Daun
Oilseeds Team , Grain Research Laboratory

Introduction

Canada's reputation as a trader in world grains and oilseeds is built on its ability to deliver grain of consistent quality. The quality of Canadian oilseeds is assured through the varietal development and registration system which encourages the development of cultivars with quality factors demanded by the end-user as well as good agronomic performance. The ability to deliver oilseeds of consistent quality is maintained through the Canadian grain grading system which segregates grain into classes of similar quality based on visual assessment. One of the roles of the Oilseeds Chemistry Team of the Canadian Grain Commission's Grain Research Laboratory is to provide information on the quality of Canadian oilseed crops. The Grain Research Laboratory assesses utilization quality of Canadian oilseed crops with chemical or physical tests which measure important quality parameters in the seed or the final product.

Oilseeds Quality Tests

Oil Content
Protein Content
Free Fatty Acids (FFA) or Non-esterified Fatty Acids
Chlorophyll
Fatty Acid Composition and Iodine Value
Glucosinolate Content

Oilseeds quality tests carried out by the Grain Research Laboratory are based on or calibrated against methods developed by Internationally recognized standards writing agencies such as the International Organization for Standardization (ISO) http://www.iso.ch/meme/TC34.html or the American Oil Chemists' Society (AOCS) http://www.aocs.org/methods1.htm. These methods have been accepted by many countries as the reference procedures to be used when settling trade disputes and have well-defined limits of repeatability and reproducibility established by collaborative testing.

Oil Content

Oil content can be defined as the maximum amount of material (lipid) that can be removed from the seed by extraction with specific solvents (usually hexane or petroleum ether). This test estimates the amount of oil which could optimally be obtained in industrial crushing. An estimated 97% to 99% of the oil content estimated analytically may be removed by commercial solvent extraction or prepress solvent extraction systems. Direct pressing (or cold pressing) usually removes about 90% to 92% of the oil. The quality of the oil removed analytically also differs greatly from the quality of the oil removed in industrial processing. Oil removed analytically usually consists of about 99% triacylglycerol molecules (the desired end product of oil processing) and is relatively colorless. Pretreatment of the seed to increase the efficiency of industrial extraction results in a highly colored crude oil which consists of about 96% of the desired triacylglycerol molecules. The undesired material and color is removed by refining and bleaching.

Oil content is measured directly by grinding the seed and extracting the oil in a continuous extractor. The official methods[1] call for extracting for periods of 1 to 3 hours followed by further grinding and extraction periods until no further oil is removed. Total analysis time is in the order of 6 to 8 hours per sample with a maximum throughput of 18 samples per day. Indirect oil content analysis can be carried out using either Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Spectroscopy[2] or Near Infrared (NI) Spectroscopy[3]. The NMR technique measures the resonance energy absorbed by hydrogen atoms in the liquid state of the sample while NI utilizes the absorption of near infrared energy (1100-2500 nm) by the sample. Sample throughput is increased to about 100 per day for NMR and 200 per day for NIR. While the precision of NIR methods is not as good as extraction methods, NMR methods give very accurate and precise results when calibrated carefully.

For canola, oil contents are expressed on an 8.5% moisture basis. This convention was adopted in 1970 at the request of the oilseed trade who wished to be able to compare results from our surveys with international trading specifications which were expressed on a telle quelle moisture basis. Canadian trading contracts usually specify a minimum of 40% oil content for canola. The moisture content of 8.5% was chosen as a reasonable average moisture content for Canadian rapeseed although moisture contents for recent years' exports of canola have ranged from 7% to 8%. For flaxseed and soybeans, oil contents are expressed on a moisture-free basis although trading specifications usually call for a telle quelle moisture basis.

Protein Content

Oilseed crops produce a meal after commercial extraction of the oil that is a valuable source of protein for compound feeds. The analysis of protein content is based on an estimation of the nitrogen in the seed. As protein is the major nitrogen containing component in seeds it's content can be estimated by multiplying the nitrogen content by a factor (by convention, 6.25 for oilseeds[4]). Some trading specifications call for protein to be specified as nitrogen or ammonia (1.21 x N).

Protein was traditionally determined by the Kjeldahl method[5] in which the ground, dried material is digested or dissolved in concentrated sulfuric acid converting all the nitrogen to ammonia. The ammonia is distilled into a standardized acid solution and is determined analytically by titration. Beginning with the 1992 crop year, a Dumas (combustion) technique[6] replaced the Kjeldahl analysis for oilseed protein determinations at the GRL. Using a LECO FP-428 Nitrogen Determinator, ground oilseed samples are combusted in a stream of pure oxygen at a temperature of 850 degrees Celsius. The combustion gases are scrubbed of unwanted moisture and carbon dioxide and the nitrogen dioxide (NO2) is reduced to elemental nitrogen (N2) gas so it can be measured in a thermal conductivity cell. Total analysis time is less than 5 minutes per sample. Batches of 100 (including weighing, encapsulating, calibrating and maintenance of the instrument) can be handled in a single working day.

Traditionally, oilseed protein was expressed on an oil-free basis. This allowed oilseed processors to quickly "estimate" the protein content of meal derived from the seed. Such an estimate will be high, however, as commercial meal usually has about 10% moisture and 1 to 3 % fat. Canadian trading specifications for canola meal are usually about 36% protein. Soybean protein is expressed on both a seed basis and on a meal basis. Soybean meal is usually traded on a minimum 41% protein basis although specifications for different products range from 41% to 49% protein. Since the adoption of the Dumas combustion technique, the GRL has reported all oilseed protein contents on a whole (full fat) seed. Protein can also be estimated by NIR spectrometry with good precision.

Free Fatty Acids (FFA) or Non-esterified Fatty Acids

This test measures the portion of the oil (triacylglycerols) which has broken down (hydrolyzed) due to chemical or micro biological activity. Free fatty acids must be removed during processing as they reduce the smoke point in frying fats and rapidly oxidize to give rancid flavors. The test gives a direct measure of the ability of the oil to be processed and is actually used to estimate the amount of lye required to refine oils. As this test is a reflection of seed quality, it reflects seed damage and grade. Top grade canola seed usually has less than 0.7% free fatty acids although in certain years in Eastern Canada and in 1989 in Western Canada this level was exceeded for as yet undetermined reasons. International specifications for top grade oil usually are set at 2% free fatty acids.

Free fatty acids are measured by an acid-base titration of the oil extracted from the seed during an oil content determination[7]. The procedure is time consuming but is really restricted by the analytical extraction capabilities to about 18 samples per day. More rapid methods for free fatty acid estimation are being developed.

Chlorophyll

Chlorophyll is the green pigment found in all green plants and is essential for photosynthesis. In oilseeds, immature seeds contain large amounts of chlorophyll as they develop. This chlorophyll is destroyed (metabolized) as the seed matures and fully ripe seeds contain very little chlorophyll. Because of the

indeterminate nature of the flowering and ripening process in *B. napus* canola, some canola seed lots contain large amounts of chlorophyll. This causes problems in processing as the chlorophyll is extracted into the oil giving it a green or brown coloration which is hard (and expensive) to remove. Besides being of undesirable color, oils with high levels of chlorophyll are subject to become rancid and are difficult to make into margarine or shortening (hydrogenate).

For canola, chlorophyll is estimated in grading by visual assessment of "percent distinctly green seeds". A level of about 24 mg/kg (ppm) chlorophyll corresponds to about 2% distinctly green seeds. Trading specifications for canola oils have limits of 25 mg/kg to 30 mg/kg which corresponds to 22 mg/kg to 24 mg/kg in the seed. For analysis, chlorophyll is extracted from the seed with suitable solvents and determined by spectroscopy[8]. Approximately 50 samples per day can be analyzed by this method. Near infrared (NI) instruments can be modified to allow rapid chlorophyll determination, increasing the throughput to 200 samples per day.

Fatty Acid Composition and Iodine Value

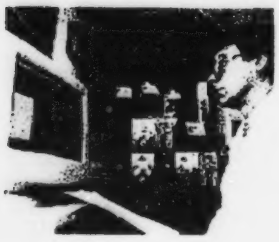
The functional and nutritional values of different vegetable oils are dependent on the nature of the different fatty acids which are incorporated like building blocks into the oil (triacylglycerols). For example, erucic acid makes up about 50% of the fatty acids of traditional rapeseed oil and is the desired product for most industrial uses of this oil. Canola oil, on the other hand, was designed to contain "zero" erucic acid (C22:1) for nutritional reasons. By definition, erucic acid must make up less than 2% of all fatty acids in canola oil. In the future the term "canola oil" will be used to describe an oil derived from the seed of the genus *Brassica*, with less than 1% of all fatty acids as erucic acid. Recent sales of canola oil products in the United States have been based upon this oils' low level of saturated fatty acids (mostly palmitic and stearic acid), its high level of mono-unsaturated fatty acids (mostly oleic acid), and its good ratio of polyunsaturated fatty acids (linoleic and linolenic acids).

Iodine value, or iodine number, is a measure of the total amount of unsaturated fatty acids in an oil and is a measure of the number of grams of iodine which will combine with 100 grams of the oil. While the method originally involved actually reacting samples of oil with iodine[9], most laboratories now calculate iodine values from the fatty acid composition[10]. In routine surveys iodine values for flaxseed may be determined by NIR analysis. In flaxseed high iodine values (189 or greater) are required for the manufacture of paints and inks. Somewhat lower values (ca. 182) are needed for linoleum manufacture.

Fatty acid composition is mostly effected by variety and growing environment. It is important to know the effect of environment on the fatty acid composition of canola in order to determine where seed can be drawn which will make oils meeting the specifications for saturated fatty acids required by U.S. processors. Similarly, it is important to know which areas produce levels of iodine value suitable for coating manufacture and which produce levels suitable for linoleum manufacture.

Fatty acid composition and iodine values are determined by a process which starts with extraction of a portion of the oil and its chemical conversion into individual fatty acids (taking apart the triacylglycerols). The fatty acids are then converted to methyl esters, compounds which can easily be converted to gases[11]. The different fatty acids are then

separated and analyzed on a gas chromatograph[12]. The method is rapid and accurate. Starting from seed, a single sample can be analyzed within 30 minutes. Using automated equipment and overnight operation, complete fatty acid profile can be obtained on as many as 100 samples per day.



Glucosinolate Content

Glucosinolates are natural components of canola, rapeseed, and mustard seed. These compounds are found in all *Brassica* vegetables (cabbage, Brussels sprouts, radishes, broccoli, cauliflower) and are responsible for the desirable pungent odor and sharp flavor associated with these foodstuffs. Glucosinolates are also natural toxicants, being associated with goiter and liver damage when consumed in large quantities. *Brassica* seeds such as rapeseed and mustard are particularly rich in glucosinolates. While high levels of glucosinolates may be desirable in the case of mustard seed destined for condiment use, the high levels of glucosinolates found in rapeseed meal have restricted the use of this seed as a source of protein in compound feeds. Plant breeding to reduce the level of glucosinolates in rapeseed resulted in canola seed. Nutritional studies have demonstrated that substantially more canola meal can be used in compound feeds than rapeseed meal.

Glucosinolates are ionic, that is they are charged molecules. They are determined by first extracting them from the seed into water, then isolating them from interfering components by ion-exchange chromatography. They are then converted into an uncharged molecule with an enzyme, and are separated and quantitatively analyzed by high performance liquid chromatography[13]. The current definition of canola requires that only part of the total glucosinolates in a sample (the aliphatic glucosinolates) be measured. Canola seed contains less than 30 micromoles per gram of these aliphatic compounds expressed on an oil-free, 8.5% moisture basis. The current definition will be changed in the future so that canola seed will be seed of the genus *Brassica* which shall contain less than 18 micromoles/gram of total glucosinolates on a whole seed, 8.5% moisture basis. This will allow other more rapid and less expensive methodologies which determine total glucosinolates[14] to be used. Glucosinolates may also be determined by NIR analysis.

Glucosinolate levels are highly dependent on environment with up to 3- fold differences being noted between seed planted and seed harvested. It is important that the glucosinolate level in the crop be monitored closely to determine if the canola specification is being met.

Oilseeds Quality Monitoring Programs

Harvest Surveys
Export Cargo Monitoring

Harvest Surveys

Each crop year (August 1 to July 31) begins with harvest surveys on canola, flaxseed, soybean, mustard, solin and sunflower crops. Information from harvest surveys provide processors (both export and domestic) with timely quality data on the newly-harvested

crop in order to plan purchases of Canadian oilseeds. In addition, the harvest surveys provide long-term information on the composition of Canadian oilseeds as they relate to weather patterns, agronomic practices, and varietal development. The Grain Research Laboratory has carried out harvest surveys on flaxseed since 1932, on canola/rapeseed since 1956, on Ontario soybean since 1968, on sunflower since 1980, on mustard seed since 1989, and on solin (low linolenic acid flaxseed) beginning in 1993.

Harvest survey samples are obtained from grain firms, crushing plants and from individual producers throughout the oilseed producing regions of Western Canada and southern Ontario. Approximately 2000 canola, 500 flaxseed, 300 soybean, 250 mustard, 200 solin and 100 sunflower samples are received by the GRL sample room each fall. Prior to analysis individual samples are cleaned and graded by the CGC Industry Services Division. The development of whole seed, non-destructive analysis by near infrared (NIR) instruments permits large numbers of different oilseed commodities to be analyzed in relatively short periods of times. A crop bulletin or report for each oilseed crop is published and made available to interested parties. Producers submitting samples to the canola, flax and soybean surveys receive some quality information on their sample.

Results from harvest surveys are made available in the form of crop bulletins and reports which are published on the CGC web page and are also distributed through the various marketing agencies for oilseeds.

Export Cargo Monitoring

Throughout the crop year as Canadian oilseeds move to export position at Thunder Bay , Vancouver, or Prince Rupert export vessel loadings are sampled and monitored. Official loading samples of canola, flaxseed, solin, soybean and mustard are submitted to the Grain Research Laboratory as part of the export monitoring program. Individual canola export samples are tested for oil, protein, chlorophyll, fatty acid composition, glucosinolates and free fatty acids. Results are are published on the CGC web page and also published in the *Canola Digest* (Canola Council of Canada). Individual flaxseed export samples are tested for oil, protein, fatty acid composition and free fatty acids. Results are published on the CGC web page and also published in the *Flax Focus* (Council of Canada). Individual soybean export samples are tested for oil and protein content. Results are are published on the CGC web page and forwarded to the Ontario Soybean Growers' Marketing Board.

Fee for Services

The Grain Research Laboratory (GRL) is the scientific arm of the Canadian Grain Commission and carries out research and related scientific activities in support of quality assurance and marketing of Canadian grains and oilseeds. The Grain Research Laboratory is also able to offer a limited number of analyses to the industry for a fee. These analyses include letters for certification of content to meet the requirement of export contracts and letters of analysis. The cost of any analysis include such things as : salary, training, methodology development, capital equipment purchases, maintenance/repairs, and consumables. For some components and commodities such as erucic acid and glucosinolates in canola, letters of assurance may be issued which may speed up the process of contract acceptance. Contact Doug DeClercq at at PH 204 983-3354 or FAX 204 983-0724 for more information.

Notes

[1]ISO 659:1988 Oilseeds -- Determination of hexane extract (or light petroleum extract), called "oil content" or AOCS Oil in Oilseeds Am 2-93 (95)(FOSFA Method)

[2]ISO 10565:1993 Oilseeds -- Simultaneous determination of oil and moisture contents -- Method using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry

[3]AOCS Am 1-92 (93)Near Infrared Reflectance

[4]The ratio of nitrogen to protein in a foodstuff is referred to as the N:P ratio and varies for different commodities. The ratio 6.25 is based on the ratio for casein, an ideal foodstuff. For wheat, a factor of 5.7 is used. While 6.25 is used for general estimations, other factors have been developed (AOCS Method Aa 5-91 Nitrogen-Ammonia-Protein lists USDA conversion factors for some oilseed products including soybeans (5.71), and sunflower (5.3). Recent measurements at the Grain Research Laboratory have found conversion factors for canola (5.5) and flax seed (5.4). Because of the differences in conversion factors, many countries now prefer to specify nitrogen or ammonia.

[5]AOCS Ba 4b-87 Copper Sulfate Catalyst or AOCS Ba 4d-90 Copper Sulfate Plus Titanium Dioxide Catalyst.

[6]AOCS Ba 4e-93 (95)Protein Nitrogen by Combustion

[7]ISO 729:1988 Oilseeds -- Determination of acidity of oils. The Grain Research Laboratory uses a modified titration method described in Ke et al, Analytica Chemica Acta 99:387-391 (1978) as this method allows the determination to proceed on small samples of highly colored oils.

[8]ISO 10519:1992 Rapeseed -- Determination of chlorophyll content -- Spectrometric method or AOCS Ak 2-92 (95) Chlorophyll.

[9]ISO 3961:1996 Animal and vegetable fats and oils -- Determination of iodine value

[10]AOCS Cd 1c-85 (95) Iodine Value (calculated from GLC)

[11]ISO 5509:1978 Animal and vegetable fats and oils -- Preparation of methyl esters of fatty acids or AOCS Ce 2-66 (93)Preparation of Methyl Esters of Long-Chain Fatty Acids.

[12]ISO 5508:1990 Animal and vegetable fats and oils -- Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids or AOCS Ce 1e-91 (93)Fatty Acids by Capillary GLC

[13]ISO 9167-1:1992 Rapeseed -- Determination of glucosinolates content -- Part 1: Method using high-performance liquid chromatography or AOCS Ak 1-92 (93) Glucosinolates.

[14]Mailer, R. J. and Wratten, N.. Comparison and Estimation of Glucosinolate Levels in Australian Rapeseed Cultivars. *Australian Journal of Experimental Agriculture*. 1985; 25(4):932-938.

page up

Copyright. Canadian Grain Commission
600-303 Main Street, Winnipeg MB R3C 3G8

Telephone: (204) 983-2770 or Fax: (204) 983-2751

For comments or suggestions about this web site, e-mail: webadmin@cgc.ca

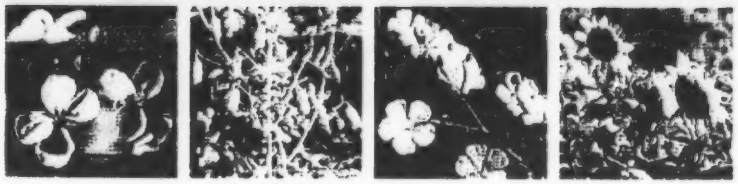
This page last updated: August 11, 1998

Commission canadienne des grains | Canadian Grain Commission

Canada

La CCG en bref
Introduction
Essais visant à déterminer la qualité des oléagineux
Programmes de surveillance de la qualité des oléagineux
Services rémunérés

Page d'accueil
English



Surveillance de la qualité des récoltes d'oléagineux canadiens

D.R. DeClercq et J.K. Daun
Équipe des oléagineux, Laboratoire de recherches sur les grains

Introduction

La réputation du Canada comme négociant de céréales et d'oléagineux sur les marchés mondiaux est fondée sur sa capacité de livrer du grain de qualité uniforme. La qualité des oléagineux canadiens est assurée par le système de création et d'enregistrement des variétés qui encourage la sélection de cultivars ayant les facteurs de qualité exigés par l'utilisateur final ainsi qu'un bon comportement agronomique. La capacité de livrer des oléagineux de qualité uniforme est maintenue par le système canadien de classement des grains qui repose sur une évaluation visuelle pour séparer les grains en classes présentant des qualités semblables. L'équipe de la chimie des oléagineux du Laboratoire de recherches sur les grains de la Commission canadienne des grains doit, entre autres, fournir de l'information sur la qualité des récoltes d'oléagineux canadiens. Le Laboratoire de recherches sur les grains évalue la qualité à l'utilisation des récoltes d'oléagineux canadiens à l'utilisation au moyen d'essais chimiques ou physiques qui permettent de mesurer les paramètres de qualité importants des semences ou du produit final.

Essais visant à déterminer la qualité des oléagineux

Teneur en huile
Teneur en protéines
Acides gras libres ou acides gras non estérifiés
Chlorophylle
Composition des acides gras et indice d'iode
Teneur en glucosinolates

Lorsque le Laboratoire de recherches sur les grains effectue des essais qualitatifs sur les oléagineux, il se fonde sur les méthodes mises au point par des organismes rédacteurs de normes reconnus à l'échelle internationale, comme l'Organisation internationale de normalisation (ISO) (http://www.iso.ch/meme/TC34.html) ou l'American Oil Chemists' Society (AOCS)

(http://www.aocs.org/methods1.htm), ou il utilise ces méthodes pour étalonner ses essais. De nombreux pays acceptent ces méthodes comme procédures de référence pour le règlement des différends commerciaux; elles ont des limites de répétabilité et de reproductibilité bien définies, établies lors d'essais collectifs.

Teneur en huile

La teneur en huile se définit comme la quantité maximale de matière (lipides) qui peut être extraite de la graine au moyen de solvants spécifiques (habituellement de l'hexane ou de l'éther de pétrole). L'essai permet d'estimer la quantité d'huile qui pourrait être extraite par trituration industrielle dans des conditions optimales. On estime que les systèmes commerciaux d'extraction par solvants ou par pré-pression et solvants peuvent récupérer de 97 à 99 % de la teneur en huile déterminée par les analyses. La trituration directe (à froid) permet en général d'extraire de 90 à 92 % de l'huile. La qualité de l'huile extraite en laboratoire diffère grandement de la qualité de l'huile extraite par les procédés industriels. En général, l'huile extraite lors des analyses est composée d'environ 99 % de molécules de triacylglycérol (le produit final que l'on souhaite obtenir) et elle est sans couleur. Le prétraitement de la graine, dont le but est de rehausser l'efficacité de l'extraction industrielle, donne une huile brute très colorée qui contient environ 96 % des molécules de triacylglycérol recherchées. Les matières et la couleur indésirables sont éliminées par le raffinage et le blanchiment.

La teneur en huile se mesure directement en broyant la graine et en extrayant l'huile dans un extracteur en continu. Les méthodes officielles[1] prévoient des périodes d'extraction de 1 à 3 heures suivies de nouvelles périodes de broyage et d'extraction, jusqu'à ce que toute l'huile ait été extraite. L'analyse dure au total de 6 à 8 heures par échantillon pour un maximum de 18 échantillons par jour. Il est possible d'analyser la teneur en huile indirectement soit par spectrométrie par résonance magnétique nucléaire (NMR)[2] ou par spectroscopie de réflexion dans le proche infrarouge (NIRS)[3]. La technique NMR mesure l'énergie de résonance absorbée par les atomes d'hydrogène dans la phase liquide de l'échantillon alors que la NIRS mesure l'énergie du proche infrarouge (1 100 à 2 500 nm) absorbée par l'échantillon. Le débit augmente à environ 100 échantillons par jour pour la NMR et à 200 par jour pour la NIRS. Bien que la NIRS ne donne pas des résultats aussi précis que les méthodes d'extraction, la technique NMR est très exacte et précise lorsque les résultats sont soigneusement étalonnés.

La teneur en huile du canola s'exprime en fonction d'une teneur en eau de 8,5 %. Cette convention a été adoptée en 1970 à la demande du secteur des oléagineux qui voulait pouvoir comparer les résultats de nos enquêtes et les spécifications du commerce international qui sont exprimées en fonction d'une teneur en eau telle quelle. Les contrats commerciaux canadiens précisent en général une teneur en huile minimale de 40 % pour le canola. On a choisi 8,5 % comme teneur en eau moyenne pour le colza canadien bien que les teneurs en eau moyennes du canola exporté ces dernières années se situent entre 7 et 8 %. Pour ce qui est des graines de lin et du soja, la teneur en huile s'exprime en pourcentage de la matière sèche quoique les spécifications commerciales précisent habituellement une teneur en eau telle quelle.

Teneur en protéines

Après l'extraction commerciale de l'huile des graines oléagineuses, on obtient un tourteau qui constitue une excellente source de protéines pour les aliments composés. L'analyse de la teneur en protéines est fondée sur l'estimation de la teneur en azote des graines. Comme les protéines sont les composantes qui contiennent le plus d'azote, on peut en déterminer la quantité en multipliant la teneur en azote par un facteur (par convention, 6,25 pour les oléagineux[4]). Certaines spécifications commerciales exigent que la teneur en protéines soit exprimée en termes d'azote ou d'ammoniac (1,21 x N).

Dans le passé, la teneur en protéines était déterminée par la méthode Kjeldahl[5] où la matière séchée et broyée était dissoute dans de l'acide sulfurique concentrée pour convertir l'azote en ammoniac. L'ammoniac était distillée en une solution acide normalisée et dosée par titrage. Depuis la campagne agricole de 1992, le LRG a remplacé la méthode Kjeldahl par la technique de combustion Dumas[6] pour déterminer la teneur en protéines des oléagineux. À l'aide de l'appareil de dosage de l'azote LECO FP-428, des échantillons d'oléagineux broyés sont brûlés par un jet d'oxygène pur à 850 degrés Celcius. Les gaz de combustion sont purifiés par l'élimination de l'eau et du dioxyde de carbone indésirables et le dioxyde d'azote (NO_2) est réduit en azote gazeux élémentaire (N_2) afin de pouvoir être mesuré dans une cellule de conductivité thermique. L'analyse dure moins de 5 minutes par échantillon. Il est possible de traiter des lots de 100 échantillons dans une seule journée de travail (y compris le pesage, l'encapsulation, l'étalonnage et l'entretien de l'instrument).

Dans le passé, la teneur en protéines des oléagineux était exprimée en pourcentage des matières exemptes d'huile. Cela permettait aux transformateurs d'oléagineux « d'estimer » rapidement la teneur en protéines du tourteau produit à partir de la graine. Cependant, cette estimation est élevée puisque le tourteau commercial contient en général environ 10 % d'eau et de 1 à 3 % de glycéride. Les spécifications commerciales canadiennes pour le tourteau de canola précisent habituellement 36 % de protéines. La teneur en protéines du soja est exprimée tant en pourcentage de la graine qu'en pourcentage du tourteau. En général, le tourteau de soja se vend sur la base d'un minimum de 41 % de protéines, quoique les spécifications varient entre 41 et 49 % selon les différents produits. Depuis l'adoption de la méthode de combustion Dumas, le LRG indique toutes les teneurs en protéines des oléagineux en pourcentage de la graine entière. La NIRS donne également une estimation très précise de la teneur en protéines.

Acides gras libres ou acides gras non estérifiés

Cet essai mesure la proportion d'huile (triacylglycérols) qui s'est décomposée (hydrolysée) suite à l'activité chimique ou microbiologique. Les acides gras libres doivent être éliminés au cours du traitement puisqu'ils réduisent le point de fumée des gras à frire et qu'ils s'oxydent rapidement, ce qui donne un goût rance à l'huile. L'essai mesure directement l'aptitude technologique de l'huile et sert en fait à estimer la quantité d'hydroxyde de sodium requise pour raffiner l'huile. Comme cet essai reflète la qualité des graines, il indique également les dommages et le grade. Les

graines de canola de grade supérieur contiennent en général moins de 0,7 % d'acides gras libres quoiqu'il soit arrivé à quelques reprises dans l'Est canadien et en 1989 dans l'Ouest que l'on ait dépassé ce niveau pour des raisons qui restent inexpliquées. En général, les spécifications internationales pour les grades supérieurs prévoient 2 % d'acides gras libres.

On mesure les acides gras libres au moyen d'un titrage acide-base de l'huile extraite de la graine pendant la détermination de la teneur en huile[7]. Le procédé est long et les capacités d'extraction analytique restreignent à 18 le nombre d'échantillons qui peuvent être traités en une journée. On est en train de mettre au point des méthodes plus rapides pour estimer les acides gras libres.

Chlorophylle

La chlorophylle est le pigment vert qui se trouve dans tous les végétaux verts; elle est essentielle à la photosynthèse. Les graines oléagineuses immatures contiennent beaucoup de chlorophylle pendant leur développement. Cette chlorophylle est détruite (métabolisée) pendant la maturation de sorte que les graines mûres contiennent très peu de chlorophylle. En raison de la nature indéterminée du processus de floraison et de maturation du canola *B. napus*, certains lots de graines de canola contiennent d'importantes quantités de chlorophylle. Cela pose des problèmes au traitement puisque la chlorophylle est extraite en même que l'huile, à laquelle elle donne une couleur verte ou brune qui est difficile (et chère) à éliminer. En plus d'avoir une couleur indésirable, les huiles à forte teneur en chlorophylle ont tendance à devenir rances et sont difficiles à hydrogéner pour en faire de la margarine ou du shortening.

On estime la teneur en chlorophylle du canola lors de l'attribution du grade par une évaluation visuelle du « pourcentage de graines nettement vertes ». Un niveau d'environ 24 mg/kg de chlorophylle correspond à environ 2 % de graines nettement vertes. Les spécifications commerciales pour les huiles de canola fixent une limite de 25 à 30 mg/kg, ce qui représente de 22 à 24 mg/kg pour les graines. Aux fins de l'analyse, la chlorophylle est extraite de la graine au moyen de solvants appropriés et déterminé par spectroscopie[8]. Cette méthode permet d'analyser environ 50 échantillons par jour. Les instruments d'analyse dans le proche infrarouge peuvent être modifiés pour permettre une détermination rapide de la chlorophylle et augmenter le débit à 200 échantillons par jour.

Composition des acides gras et indice d'iode

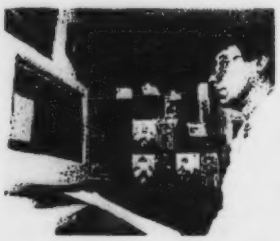
Les valeurs fonctionnelles et nutritives des différentes huiles végétales dépendent de la nature des divers acides gras qui sont les éléments constitutifs de l'huile (triacylglycérols). Par exemple, l'acide érucique représente environ 50 % des acides gras de l'huile de colza traditionnelle et c'est le produit recherché pour la plupart des applications industrielles de cette huile. Par contre, l'huile de canola a été conçue pour être « exempte » d'acide érucique (C22:1) pour des raisons nutritives. Par définition, l'acide érucique doit représenter moins de 2 % de tous les acides gras de l'huile de canola. À l'avenir, l'expression « huile de canola » servira à désigner une

huile dérivée de la graine du genre *Brassica* dont l'acide érucique constitue moins de 1 % de tous les acides gras. Des ventes récentes aux États-Unis de produits dérivés de l'huile de canola étaient fondées sur la faible teneur en acides gras saturés de cette huile (surtout les acides palmitique et stéarique), sa forte teneur en acides gras monoinsaturé (surtout l'acide oléique) et son bon rapport d'acides gras polyinsaturés (acides linoléique et linolénique).

L'indice d'iode indique la quantité totale d'acides gras insaturés dans une huile ainsi que le nombre de grammes d'iode qui se combineront à 100 grammes d'huile. À l'origine, on faisait réellement réagir des échantillons d'huile et d'iode[9], mais aujourd'hui la plupart des laboratoires calculent l'indice d'iode à partir de la composition des acides gras[10]. Lors d'analyses courantes, l'indice d'iode des graines de lin peut être déterminé par une analyse dans le proche infrarouge. Les graines de lin destinées à la fabrication de peintures et d'encres doivent avoir un indice d'iode élevé (189 ou plus). La fabrication de linoléum requiert un indice légèrement inférieur (d'environ 182).

La composition des acides gras dépend principalement de la variété et du milieu dé croissance. Il est important de connaître l'effet de l'environnement sur la composition des acides gras du canola afin de choisir la provenance des graines qui serviront à produire des huiles répondant aux spécifications des transformateurs américains en matière d'acides gras saturés. Dans le même ordre d'idées, il est important de savoir quelles régions produisent des indices d'iode propices à la fabrication de la peinture ou à la fabrication du linoléum.

La composition des acides gras et l'indice d'iode sont déterminés au moyen d'un processus qui commence par l'extraction d'une portion de l'huile et sa conversion chimique en acides gras individuels (c'est-à-dire, la décomposition des triacylglycérols). Les acides gras sont ensuite convertis en esters méthyliques, composés qui se transforment facilement en gaz[11]. Les différents acides gras sont ensuite séparés et analysés dans un chromatographe en phase gazeuse[12]. La méthode est rapide et précise. Il faut moins de 30 minutes pour analyser un échantillon de graines. On peut obtenir le profil complet des acides gras de 100 échantillons par jour en utilisant des appareils automatisés jour et nuit.



Teneur en glucosinolates

Les glucosinolates sont des composantes naturelles du canola, du colza et des graines de moutarde. Ces composés se trouvent dans tous les légumes de la famille *Brassica* (chou, chou de Bruxelles, radis, brocoli, chou-fleur) et sont responsables de la forte odeur et du goût prononcé pour lesquels ces légumes sont recherchés. Les glucosinolates sont aussi des substances toxiques naturelles dont la consommation en grande quantité est associée au goitre et aux maladies du foie. Les graines *Brassica* comme le colza et la moutarde sont particulièrement riches en glucosinolates. S'il est souhaitable que les graines de moutarde, destinées à être transformées en condiment, aient un taux élevé de glucosinolates, la forte concentration de ces substances dans le tourteau de colza restreint l'utilisation de cette graine comme source de protéines dans les aliments composés pour animaux. En sélectionnant le colza pour en réduire le taux de glucosinolates on a obtenu le canola. Des études nutritionnelles ont montré qu'il est possible d'utiliser beaucoup plus de tourteau de canola que de tourteau de colza dans la composition des aliments pour animaux.

Les glucosinolates sont ioniques, c'est-à-dire que ce sont des molécules chargées. Pour en déterminer la teneur, on commence par les extraire de la graine dans de l'eau, puis on utilise la chromatographie par échange d'ions pour les isoler de l'interférence d'autres composés. Ensuite, on les convertit en molécules neutres avec une enzyme, puis on les sépare pour faire une analyse quantitative par chromatographie liquide à haute performance[13]. La définition actuelle du canola nécessite le dosage d'une partie seulement des glucosinolates totaux (les glucosinolates aliphatiques). Les graines de canola contiennent moins de 30 micromoles par gramme de ces composés aliphatiques exprimés en pourcentage de la matière exempte d'huile et en fonction d'une teneur en eau de 8,5 %. La définition actuelle sera modifiée de manière à ce que les graines de canola soient définies comme des graines du genre *Brassica* qui contiennent moins de 18 micromoles par gramme de glucosinolates totaux dans une graine entière dont la teneur en eau est de 8,5 %. Cela permettra d'utiliser d'autres méthodes plus rapides et moins coûteuses pour déterminer les glucosinolates totaux[14]. On peut également déterminer le niveau de glucosinolates par une analyse dans le proche infrarouge.

Les niveaux de glucosinolates dépendent beaucoup du milieu : la graine récoltée peut contenir trois fois plus de glucosinolates que la graine semée. Il est important de surveiller de près le taux de cette substance afin de déterminer si les caractéristiques du canola sont respectées.

Programmes de surveillance de la qualité des oléagineux

Enquêtes sur les récoltes
Surveillance des cargaisons destinées à l'exportation

Enquêtes sur les récoltes

Chaque campagne agricole (du 1er août au 31 juillet) débute par les enquêtes sur les récoltes de canola, de graines de lin, de soja, de moutarde, de solin et de tournesol. Les enquêtes sur les récoltes permettent aux transformateurs (tant étrangers que canadiens) d'avoir, en temps opportun, des données sur la qualité de la nouvelle récolte, afin de planifier leurs achats d'oléagineux canadiens. En outre, les enquêtes sur les récoltes fournissent de l'information à long terme sur la composition des oléagineux canadiens et sur l'incidence des conditions météorologiques, des pratiques agronomiques et de la création de variétés. Le Laboratoire de recherches sur les grains mène des enquêtes sur les récoltes de graines de lin depuis 1932, sur le colza/canola depuis 1956, sur le soja de l'Ontario depuis 1968, sur les graines de tournesol depuis 1980, sur les graines de moutarde depuis 1989, et sur le solin (graine de lin à faible teneur en acide linolénique) depuis 1993.

Les échantillons pour les enquêtes sur les récoltes proviennent des compagnies céréalières, des usines de trituration et des producteurs individuels dans l'ensemble des régions productrices d'oléagineux dans l'Ouest canadien et le sud de l'Ontario. Chaque automne, le LRG reçoit environ 2 000 échantillons de canola, 500 de colza, 300 de soja, 250 de moutarde, 200 de solin et 100 de graines de tournesol. Avant l'analyse, la Division des Services à l'industrie nettoie et attribue un grade à chaque échantillon. La mise au point d'essais non destructifs sur la graine entière au moyen d'appareils d'analyse dans le proche infrarouge permet d'examiner relativement vite une grande quantité de graines oléagineuses différentes. Un bulletin ou un rapport sur chaque récolte d'oléagineux est publié et distribué aux intéressés. Les producteurs qui fournissent des échantillons pour les enquêtes sur le canola, le lin et le soja reçoivent de l'information sur la qualité des grains soumis.

Les résultats des enquêtes sur les récoltes sont publiés dans des bulletins et des rapports sur les récoltes qui sont disponibles sur le site Web de la CCG et qui sont également distribués par l'entremise des divers offices de commercialisation des oléagineux.

Surveillance des cargaisons destinées à l'exportation

Tout au long de la campagne agricole, à mesure que les oléagineux canadiens sont transportés vers les points d'exportation situés à Thunder Bay, à Vancouver ou à Prince Rupert, on prélève des échantillons et on surveille les chargements des navires d'exportation. Des échantillons officiels des chargements de canola, de lin, de solin, de soja et de moutarde sont soumis au Laboratoire de recherches sur les grains dans le cadre de son programme de surveillance des exportations. On analyse des échantillons de canola destiné à l'exportation pour déterminer la teneur en huile, en protéines, en chlorophylle, en glucosinolates et en acides gras libres ainsi que la composition de ces derniers. Les résultats sont publiés sur le site Web de la CCG et dans *Canola Digest*, publication du Conseil canadien du canola. On détermine la teneur en huile, en protéines et en acides gras libres ainsi que la composition de ces derniers des échantillons de graines de lin destinées à l'exportation. Les résultats sont publiés sur le site Web de la CCG et dans *Flax Focus* du Flax Council of Canada. On détermine la teneur en huile et en protéines d'échantillons de soja destiné à l'exportation. Les résultats sont affichés au site Web de la CCG et transmis à l'Ontario Soybean Growers' Marketing Board.

Services rémunérés

Le Laboratoire de recherches sur les grains (LRG) est la branche scientifique de la Commission canadienne des grains. Il fait de la recherche et exécute des activités scientifiques connexes afin d'appuyer l'assurance de la qualité et la commercialisation des céréales et oléagineux canadiens. Le Laboratoire de recherches sur les grains peut également offrir à l'industrie un nombre restreint d'analyses contre rémunération. Ces services comprennent des lettres attestant de la composition pour satisfaire aux exigences des contrats d'exportation et des lettres d'analyses. Le coût des analyses couvre notamment : les salaires, la formation, l'élaboration de la méthodologie, les achats de biens d'équipement, l'entretien et les réparations, et les matières consommables. Pour certaines composantes et certains produits comme l'acide érucique et les glucosinolates dans le canola, il est possible d'émettre des lettres d'assurance de la qualité pour accélérer le processus d'acceptation des contrats. Pour de plus amples renseignements, veuillez communiquer avec Doug DeClercq par téléphone, au (204) 983-3354, ou par télécopieur, au (204) 983-0724.

Notes

[1] ISO 659:1988 Graines oléagineuses -- Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit « teneur en huile » ou AOCS Oil dans Oilseeds Am 2-93 (95) (méthode de la FOFSA).

[2] ISO 10565:1993 Graines oléagineuses -- Détermination simultanée de la teneur en huile et en eau -- Méthode faisant appel à la spectrométrie par résonance magnétique nucléaire pulsée.

[3] AOCS Am 1-92 (93) Near Infrared Reflectance.

[4] Le rapport azote-protéine (N:P) dans les aliments varie selon les produits. Le rapport de 6,25 est fondé sur celui de la caséine, un aliment idéal. Pour le blé, on utilise un facteur de 5,7. Le facteur de 6,25 sert à effectuer estimations générales, mais d'autres facteurs ont été mis au point. La méthode Aa 5-91 de l'AOCS (azote-ammoniac-protéine) énumère les facteurs de conversion de l'USDA pour certains produits oléagineux y compris le soja (5,71) et les graines de tournesol (5,3). Des mesures récentes, effectuées par le Laboratoire de recherches sur les grains, ont permis d'établir des facteurs de conversion pour le canola (5,5) et les graines de lin (5,4). En raison des différents facteurs de conversion, de nombreux pays préfèrent maintenant préciser l'azote ou l'ammoniac.

[5] AOCS Ba 4b-87 Copper Sulfate Catalyst ou AOCS Ba 4d-90 Copper Sulfate Plus Titanium Dioxide Catalyst.

[6] AOCS Ba 4E-93 (95) Protein Nitrogen by Combustion.

[7] ISO 729:1998 Graines oléagineuses -- Détermination de l'acidité de l'huile. Le Laboratoire de recherches sur les grains utilise une méthode de titrage modifiée décrite dans Ke et coll., Analytica Chemica Acta 99:387-391 (1978) puisqu'elle permet d'utiliser de petits échantillins d'huile très colorée.

[8] ISO 10519:1992 Graines de colza -- Détermination de la teneur en chlorophylle -- Méthode spectrométrique ou AOCS Ak 2-92 (95) Chlorophyll.

[9] ISO 3961:1966 Corps gras d'origines animale et végétale -- Détermination de l'indice d'iode.

[10] AOCS Cd 1c-85 (95) Iodine value (calculée par chromatographie gaz-liquide).

[11] ISO 5509:1978 Corps gras d'origines animale et végétale -- Préparation des esters méthyliques d'acides gras ou AOCS Ce 2-66(93) Preparation of Methyl Esters of Long-Chain Fatty Acids.

[12] ISO 5508:1990 Corps gras d'origines animale et végétale -- Analyse par chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras au AOCS Ce le-91 (93) Fatty Acids by Capillary GLC.

[13] ISO 9167-1:1992 Graines de colza -- Dosage des glucosinolates -- Partie 1 : Méthode par chromatographie liquide à haute performance ou AOCS Ak 1-92 (93) Glucosinolates.

[14] Mailer, R.J. et Wratten, N., Comparison and Estimation of Glucosinolate Levels in Australian Rapeseed Cultivars dans *Australian Journal of Experimental Agriculture*. 1985: 25(4):932-938.

déf. haut

Droit d'auteur. Commission canadienne des grains,
303 rue Main, pièce 600, Winnipeg (MB) R3C 3G8

Téléphone : (204) 983-2770 ou télécopieur : (204) 983-2751

Aidez-nous à mieux vous servir en nous disant ce que vous pensez de ce site. Veuillez envoyer vos commentaires et suggestions à l'adresse électronique suivante : webadmin@ccg.ca

Dernière mise à jour : le 11 août 1998